

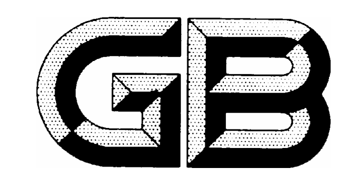
GB 22169 (2008) (Chinese): Fomesafen aqueous solution



BLANK PAGE



ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

氟磺胺草醚水剂

Fomesafen aqueous solution

（报批稿）

200×-××-××发布 200×-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制的，其余是推荐的。

本标准由国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（CSBTS/TC 133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位：大连松辽化工有限公司、江苏长青农化股份有限公司、大连瑞泽农药股份有限公司。

本标准主要起草人：高晓晖、昝艳坤、苗革新、于海平、王大春、武铁军。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

氟磺胺草醚水剂

该产品有效成分氟磺胺草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Fomesafen

化学名称：2-氯-4-三氟甲基苯基-3′-甲磺酰基氨基甲酰基-4′-硝基苯基醚。

结构式:

实验式： $C_{15}H_{10}ClF_3N_2O_6S$

相对分子质量：438.8（按 2003 国际相对原子质量计）

生物活性：除草

熔点：220℃～221℃

蒸气压(50℃）：0.1 mPa

溶解度(20℃)：水中 0.05 g/L，丙酮中 300 g/L，环己酮中 150 g/L，二氯甲烷中 10 g/L，己烷中 0.5 g/L，二甲苯中 1.9 g/L

稳定性：在 50℃下稳定 6 个月以上，光下不稳定，在酸性或碱性条件下不易水解

1 范围

本标准规定了氟磺胺草醚水剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由氟磺胺草醚原药和水及适宜的助剂组成的氟磺胺草醚水剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1601 农药pH值测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的氟磺胺草醚原药制成，外观为均相液体，无明显的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

氟磺胺草醚水剂应符合表1要求。

表1　氟磺胺草醚水剂控制项目指标

项　　　目	指　　　标	
	250 g/L	25%
氟磺胺草醚质量分数[a]/% 或质量浓度(20℃)/ g/L	$22.0^{+1.3}_{-1.3}$ 250^{+15}_{-15}	$25.0^{+1.5}_{-1.5}$
水不溶物/%　　≤	0.3	
pH 值范围	6.0～9.0	
稀释稳定性（20 倍）	合 格	
低温稳定性[b]	合 格	
热贮稳定性[b]	合 格	
a　当发生争议时，以氟磺胺草醚质量分数为仲裁。 b　正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，每 3 个月至少进行一次测定。		

4　试验方法

4.1　抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 250 mL。

4.2　鉴别试验

高效液相色谱法──本鉴别试验可与氟磺胺草醚含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氟磺胺草醚色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3　氟磺胺草醚质量分数的测定

4.3.1　方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇＋水＋磷酸为流动相，使用以Hypersil ODS为填料的不锈钢柱和紫外检测器（230 nm），对试样中的氟磺胺草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

磷酸；

水：新蒸二次蒸馏水；

氟磺胺草醚标样：已知氟磺胺草醚质量分数，≥98.0%。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：200 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Hypersil ODS、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（甲醇：水：磷酸）=600：400：0.2，经滤膜过滤，并进行脱气；

流量：1.0 mL/min；

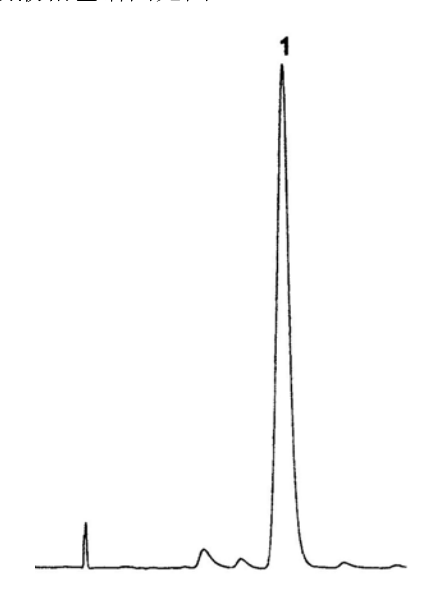
柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：230 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：氟磺胺草醚 7.8 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的氟磺胺草醚水剂高效液相色谱图见图1。



1－氟磺胺草醚

图1　氟磺胺草醚水剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取氟磺胺草醚标样0.1 g（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管准确移取5 mL上述溶液置于另一50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氟磺胺草醚 0.1 g（精确至 0.000 2 g）的试样，置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管准确移取 5 mL 上述溶液置于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氟磺胺草醚峰面积相对变化小于1.0%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中氟磺胺草醚的峰面积分别进行平均。试样中氟磺胺草醚的质量分数 ω_1（%）按式(1) 计算；质量浓度 ρ_1（g/L）按式（2）计算：

$$\omega_1=\frac{A_2\cdot m_1\cdot \omega}{A_1\cdot m_2}\cdots\cdots(1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：

A_1——标样溶液中，氟磺胺草醚峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，氟磺胺草醚峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω ——标样中氟磺胺草醚的质量分数，% ；

ρ ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)（按GB/T4472中“密度计法”进行测定）。

4.3.7 允许差

氟磺胺草醚质量分数、质量浓度两次平行测定结果之差，应分别不大于0.8%、8g/L，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水不溶物的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解，将所有不溶物滤出，干燥称量。

4.4.2 仪器

称量瓶；

玻璃砂芯坩埚：3#；

烘箱：105℃±2℃。

4.4.3 测定步骤

于烘箱中，将玻璃砂芯坩埚干燥至恒重（精确至 0.000 2 g），称取试样 20 g（精确至 0.01 g），置于 100 ml 烧杯中，用 200 mL 水淋洗转移到量筒中，盖上塞子，猛烈振摇，使可溶物全部溶解。将此溶液经坩埚过滤，用蒸馏水洗涤坩埚中的残留物，每次用 25 mL，共洗 3 次。置坩埚及残留物于 105℃烘箱中干燥至恒重（精确至 0.000 2 g），取出冷却至室温，称量。

水不溶物的质量分数 ω_2（%）按式(3)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

式中：

m_1——恒重后坩埚与不溶物的质量，单位为克(g)；

m_0——坩埚的质量，单位为克(g)；

m—— 试样的质量，单位为克(g)。

4.5 pH 值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.6 稀释稳定性的试验

4.6.1 试剂和仪器

标准硬水：ρ (Mg^{2+} + Ca^{2+}) = 342 mg/L；

量筒：100 mL；

恒温水浴：30℃±2℃；

移液管：5 mL。

4.6.2 试验步骤

用移液管吸取 5 mL 试样，置于 100 mL 量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀。将此量筒放入恒温

水浴中，静置 1 h。如稀释液均一、无析出物为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。析出固体或油状物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，氟磺胺草醚质量分数应不低于热贮前的 95%；稀释稳定性仍应符合 3.2 要求。

4.9 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 氟磺胺草醚水剂的标志、标签、包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 氟磺胺草醚水剂采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装，每瓶净含量为 250 mL、500 mL，外包装为纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱，每箱净含量不超过 10 kg。也可以根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.3 氟磺胺草醚水剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.5 安全：氟磺胺草醚属低毒除草剂。使用本品时应戴防护手套、防毒面具、穿干净的防护服。施药后应立即用肥皂和水洗净。如皮肤和眼睛接触药液时，要用大量清水冲洗。冲洗时间不小于 15 min，并请医生诊治；如有误服，应立即催吐。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，氟磺胺草醚水剂的保证期，从生产日期算起为 2 年。